

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 1 1 - 1 2 0 5 3

(43) 公開日 平成 1 1 年 (1 9 9 9) 1 月 1 9 日

(51) Int. Cl.

C04B 37/02

H01L 21/68

識別記号

庁内整理番号

F I

C04B 37/02

H01L 21/68

技術表示箇所

B

R

審査請求 未請求 請求項の数 1 3 O L (全 1 4 頁)

(21) 出願番号 特願平 9 - 1 6 4 5 8 2

(22) 出願日 平成 9 年 (1 9 9 7) 6 月 2 0 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 4 0 6 4

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市長瀬区須田町 2 番 5 6 号

(72) 発明者 牛越 隆介

愛知県名古屋市長瀬区須田町 2 番 5 6 号

日本碍子株式会社内

(72) 発明者 鶴田 英芳

愛知県名古屋市長瀬区須田町 2 番 5 6 号

日本碍子株式会社内

(72) 発明者 藤井 知之

愛知県名古屋市長瀬区須田町 2 番 5 6 号

日本碍子株式会社内

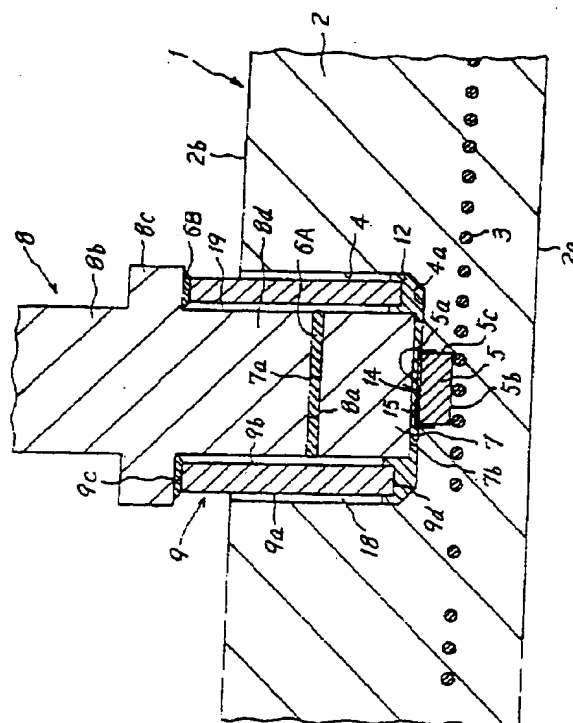
(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外 9 名)

(54) 【発明の名称】 セラミックスの接合構造およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 モリブデンを含む金属からなる埋設部材がセラミックス部材に埋設されており、セラミックス部材中の埋設部材と金属接合部材とを接合する接合構造において、高温領域で長時間運転しながら空気等にさらされても、埋設部材の浸食や絶縁不良などが生じないようにする。

【解決手段】 セラミックス部材 1 の接合層 1 2 と接触する接合面 4 a に金属部材 3 の一部が露出して金属露出部を形成しており、この接合面 4 a に沿ってセラミックス部材 1 と金属露出部とがそれぞれ接合層 1 2 を介して金属接合部材 7 へと接合されている。接合層 1 2 の主成分が金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属である。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】セラミックス部材と金属接合部材とが接合層を介して接合されている耐酸化性のセラミックスの接合構造において、少なくともモリブデンを含む金属からなる埋設部材が前記セラミックス部材に埋設されており、前記セラミックス部材の前記接合層と接触する接合面に前記埋設部材の一部が露出して金属露出部を形成しており、この接合面に沿って前記セラミックス部材と前記金属露出部とがそれぞれ前記接合層を介して前記金属接合部材へと接合されており、前記接合層の主成分が金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属であることを特徴とする、セラミックスの接合構造。

【請求項 2】前記接合層中に、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブおよびマグネシウムからなる群より選ばれた一種以上の活性金属が含有されていることを特徴とする、請求項 1 記載のセラミックスの接合構造。

【請求項 3】前記セラミックス部材中に前記埋設部材としてモリブデンまたはモリブデン合金製の端子が埋設されており、前記接合面に前記端子の金属露出部が露出しており、前記端子の前記金属露出部および前記セラミックス部材の表面に対して前記接合層を介して前記金属接合部材が接合されていることを特徴とする、請求項 1 または 2 記載のセラミックスの接合構造。

【請求項 4】前記セラミックス部材に孔が設けられており、この孔に前記金属露出部が露出しており、前記孔内に筒状雰囲気保護体が挿入されており、この筒状雰囲気保護体の内側に電力供給部材と応力緩和用の低熱膨張導体とが挿入されており、前記筒状雰囲気保護体と前記電力供給部材とが接合されており、前記低熱膨張導体および前記筒状雰囲気保護体が前記埋設部材の前記金属露出部に対して接合されていることを特徴とする、請求項 1 ～ 3 のいずれか一つの請求項に記載のセラミックスの接合構造。

【請求項 5】前記埋設部材がモリブデンまたはモリブデン合金製の端子であり、この端子が前記低熱膨張導体に対して電気的に接続されており、前記セラミックス部材中に金属電極が埋設されており、この金属電極に対して前記端子が電気的に接続されていることを特徴とする、請求項 4 記載のセラミックスの接合構造。

【請求項 6】請求項 1 記載のセラミックスの接合構造を製造する方法であって、前記セラミックス部材の前記接合面に前記埋設部材の一部を露出させて前記金属露出部を形成し、この接合面と前記金属接合部材との間に前記接合層の材料を介在させ、非酸化性条件下で加熱することによって、前記セラミックス部材と前記金属露出部とをそれぞれ前記金属接合部材に対して接合させることを特徴とする、セラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 7】前記接合面と前記金属接合部材との間に、

前記接合層の材料として、前記接合面の方から順に、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブおよびマグネシウムからなる群より選ばれた一種以上の活性金属材料と、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属を主成分とするろう材とを配置することを特徴とする、請求項 6 記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 8】前記活性金属材料の表面に、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属からなる膜が形成されていることを特徴とする、請求項 7 記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 9】前記接合面と前記金属接合部材との間に、前記接合層の材料として、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属と、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブおよびマグネシウムからなる群より選ばれた一種以上の活性金属との合金からなるろう材を配置することを特徴とする、請求項 6 記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 10】前記接合層の材料中にニッケルが含有されていることを特徴とする、請求項 7 ～ 9 のいずれか一つの請求項に記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 11】前記埋設部材がモリブデンまたはモリブデン合金からなることを特徴とする、請求項 6 記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 12】前記埋設部材の表面を、予め金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属を主成分とするコーティング材でコートした後、前記金属接合部材と接合することを特徴とする、請求項 11 記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【請求項 13】前記コーティング材を熱処理により溶解させてコーティングすることを特徴とする、請求項 12 記載のセラミックスの接合構造の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、セラミックスの接合構造およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】現在、半導体ウエハーの搬送、露光、CVD、スパッタリング等の成膜プロセス、微細加工、洗浄、エッチング、ダイシング等の工程において、半導体ウエハーを吸着し、保持するために、静電チャックが使用されている。こうした静電チャックの基材として、緻密質セラミックスが注目されている。特に半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、 ClF_3 等のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、半導体ウエハーを保持しつつ、急速に加熱し、冷却させるためには、静電チャックの基材が高い熱伝導性を備えていることが望まれる。また、急激な温度変化によって破壊しないような耐熱衝撃性を備えていることが望

まれる。緻密な空化アルミニウムおよびアルミナは、前記のようなハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐食性を備えている。

【0003】また、半導体製造装置の分野において、プラズマを発生させるための高周波電極を内蔵したサセプターが実用化されているが、こうした高周波電力発生装置の分野においても、空化アルミニウムや緻密質アルミナの基材中に金属電極を埋設している。更に、半導体製造装置の分野において、各プロセス中、ウェハーの温度を制御するために、空化アルミニウムやアルミナ基材中に金属抵抗体を埋設したセラミックスヒーターも実用化されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】これらの各装置においては、空化アルミニウム等のセラミックス基材中に金属電極を埋設し、外部の電力供給用コネクタに対して金属電極を電気的に接続する必要がある。しかし、こうした接続部分は、酸化性雰囲気下、更には腐食性ガス雰囲気下で、非常に高温と低温との熱サイクルにさらされる。このような悪条件下においても、長期間高い接合強度と良好な電気的接続とを保持することが望まれている。

【0005】本発明者は、このような接続構造について研究を続けてきた。例えば、特願平 8 - 2 4 8 3 5 号明細書においては、電力供給用コネクタの先端部分とサセプター中の金属電極とを、耐食性の高い A 1 合金ろう、Cu 合金ろう、Ni 合金ろうによって接合することを開示した。また、特開平 8 - 2 7 7 1 7 3 号公報においては、メッシュ状ないしは網状の金属電極を A 1 N セラミックス内に埋設させ、メッシュの一部を露出させ、メッシュの露出部分と A 1 N セラミックスとの双方を電力供給用コネクタの先端面にろう付けすることを提案した。これらの技術においては、ハロゲン系腐食性ガスおよびそのプラズマに対して高い耐食性を有するろう付け方法を提案している。

【0006】また、本発明者は、特願平 9 - 1 2 7 6 9 号明細書で、コネクタと金属電極との接続構造において、酸化性雰囲気下で、高温や熱サイクルにさらされても、高い接合強度と良好な導通性能を保持するような特定の接合構造を提案した。

【0007】これらの技術は、いずれも有効なものであったが、本発明者が更に検討を進める過程で、特殊なケースでは新たに次の問題点があることが判明してきた。即ち、セラミックスヒーターの中にモリブデンの抵抗発熱体と端子とを埋設し、この端子を活性銀ろうで外部の電力供給コネクタへろう付けしたとき、例えば 7 0 0 °C の高温で長時間運転していると、モリブデンの端子に腐食が見られ、はなはだしい場合には断線したり、あるいは低融点化合物がヒーターの表面に浸出し、絶縁不良を生ずることがあった。また、直流、交流電圧下で銀

がマイグレーションを起こし、ヒーター表面に移動して、絶縁不良を生ずることもわかった。

【0008】本発明の課題は、モリブデンを含む金属からなる埋設部材がセラミックス部材に埋設されており、セラミックス部材中の埋設部材と金属接合部材とを接合する接合構造において、高温領域で長時間運転しながら空気等の酸化性雰囲気中にさらされても、埋設部材の浸食や、セラミックス部材の表面への低融点化合物の浸出による絶縁不良および金属のマイグレーションによる絶縁不良などが生じないようにすることである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、セラミックス部材と金属接合部材とが接合層を介して接合されている耐酸化性のセラミックスの接合構造において、少なくともモリブデンを含む金属からなる埋設部材がセラミックス部材に埋設されており、セラミックス部材の接合層と接触する接合面に金属部材の一部が露出して金属露出部を形成しており、この接合面に沿ってセラミックス部材と金属露出部とがそれぞれ接合層を介して金属接合部材へと接合されており、接合層の主成分が金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属であることを特徴とする、セラミックスの接合構造に係るものである。

【0010】また、本発明は、前記のセラミックスの接合構造を製造する方法であって、セラミックス部材の接合面に埋設部材の一部を露出させて金属露出部を形成し、この接合面と金属接合部材との間に接合層の材料を介在させ、加熱することによって、セラミックス部材と金属露出部とをそれぞれ金属接合部材に対して接合させることを特徴とする。

【0011】本発明者は、モリブデン端子の腐食等の原因を調査していたが、その過程で、ろう付け部分から僅かにリークした大気等の酸化性雰囲気が、高温領域では、モリブデン端子に接触してモリブデンを酸化し、三酸化モリブデンを生成し、この三酸化モリブデンが銀と反応して低融点の複合酸化物 $AgMoO_3$ を生成することを見いだした。この低融点化合物がモリブデンなどを更に腐食させて抵抗値の上昇を、更にははなはだしくは断線のおそれを招き、あるいは低融点化合物がセラミックス部材の表面に浸出して絶縁不良を招きかねないことを見いだした。

【0012】そして、本発明によれば、セラミックス部材の接合層と接触する接合面に埋設部材の一部を露出させて金属露出部を形成し、この接合面に沿ってセラミックス部材と金属露出部とをそれぞれ接合層を介して金属接合部材へと接合し、かつ、接合層の主成分を、三酸化モリブデンと低融点反応相を生成しない金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属とすることを想到した。これによって、セラミックス部材およびその内部の埋設部材が外部の金属接合部材に対して

強固に接合され、この接合部分を高温の酸化性雰囲気に対して長時間さらしても、接合強度、絶縁抵抗の低下を防止することができた。また、上記のように、接合層の主成分を金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属とすることにより、直流または交流電圧下でもマイグレーションが起こらないことを発見した。

【0013】

【発明の実施形態】本発明においては、セラミックス部材としては、セラミックス基材中に抵抗発熱体を埋設したヒーター、セラミックス基材中に静電チャック用電極を埋設した静電チャック、セラミックス基材中に抵抗発熱体と静電チャック用電極とを埋設した静電チャック付きヒーター、セラミックス基材中にプラズマ発生用電極を埋設した高周波発生用電極装置、セラミックス基材中にプラズマ発生用電極および抵抗発熱体を埋設した高周波発生用電極装置等を例示できる。これらのセラミックス部材においては、セラミックス部材内部の電極に対して電力を供給するための電力供給部材が必要である。

【0014】埋設部材として金属電極を使用した場合には、金属電極を面状の金属バルク材とすることが好ましい。ここで、「面状の金属バルク材」とは、例えば、線体あるいは板体を、らせん状、蛇行状に配置することなく、一体の面状のバルクとして成形したものをいう。

【0015】通常、金属電極は、アルミナ粉末や空化アルミニウム粉末等のセラミックス粉末と同時に焼成するので、高融点金属で形成することが好ましい。こうした高融点金属としては、タンタル、タングステン、モリブデン、白金、レニウム、ハフニウム及びこれらの合金を例示できる。半導体汚染防止の観点からは、更に、タンタル、タングステン、モリブデン、白金及びこれらの合金が好ましい。

【0016】こうした面状のバルク材としては、次を例示できる。

(1) 薄板からなる、面状のバルク材。

(2) 面状の電極の中に多数の小空間が形成されているバルク材。これには、多数の小孔を有する板状体からなるバルク材や、網状のバルク材を含む。多数の小孔を有する板状体としては、パンチングメタルを例示できる。

【0017】埋設部材は、少なくともモリブデンを含む金属によって形成されている。この金属は、純モリブデンであってよく、またモリブデンと他の金属との合金であってよい。モリブデンと合金化するための金属としては、タングステン、銅、ニッケルおよびアルミニウムが好ましい。

【0018】本発明においては、接合層の主成分が、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属である。この金属は、接合層の構成金属の50重量%以上を占めており、70重量%以上占めていることが好ましく、更には80重量%以上占めていること

が好ましい。これらの中でも耐酸化性の点で金がもっとも好ましい。

【0019】接合層中には、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブおよびマグネシウムからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を含有させることが好ましく、これによってセラミックスに対する接合層の密着性、接合力を高めることができる。

【0020】接合層中には、Si、Al、CuおよびInからなる群より選ばれた一種以上の第三成分を含有させることができる。

【0021】ここで、活性金属の配合量が0.3重量%未満であると、濡れ性が悪くなり、接合しない場合があると同時に、20重量%を超えると接合界面の反応層が厚くなりクラックが発生する場合があるため、0.3~20重量%であると好ましい。また、第三成分の合計の配合量は、50重量%を超えると、金属間化合物が多くなり、接合界面にクラックが発生する場合があるため、50重量%以下であると好ましい。

【0022】また、接合層中にニッケルを5~50重量%含有させることが好ましく、これによって金属接合部材にニッケル含有合金またはニッケルを用いた場合、接合層への多大な溶解を低減できる。これにより、接合後の埋設端子のシール性が向上する。また、金属接合部材と端子の接合前に、金、白金、パラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属を端子の表面にコートすることにより（この工程をプレコート処理と呼び、プレコートに用いる前記金属をプレコート材と呼ぶ）、接合時の接合層の濡れ性が向上し、接合後の端子部のシール性が向上することを見いだした。このプレコートの方法としては、前記プレコート材の融点以上の熱処理や、メッキ、スパッタなどがある。特に熱処理によるプレコートでは、端子表面のみならず、埋設端子周辺のセラミックスとの界面に浸透し、耐酸化性が向上する。

【0023】特に、セラミックス部材中に金属電極とモリブデンまたはモリブデン合金製の端子とが埋設されており、セラミックス部材の接合面に端子の露出部分が露出しており、端子の露出部分およびセラミックス部材の表面に対して接合層を介して金属接合部材が接合されている構造において、端子の腐食がはなはだしく、本発明はこうした接合構造に対して特に好適である。

【0024】また、本発明において、セラミックス部材の孔内に筒状雰囲気保護体を挿入し、この筒状雰囲気保護体の内側に電力供給部材と応力緩和用の低熱膨張導体とを挿入し、筒状雰囲気保護体と電力供給部材とを接合し、かつ、低熱膨張導体および筒状雰囲気保護体を埋設部材に対して接合するという構造を採用できる。これによって、他の構造よりもはるかに耐熱性、耐食性が高く、酸化性雰囲気または腐食性雰囲気下で熱サイクルにさらされても、高い接合強度と良好な導通性能を保持できる。

【0025】以下、図面を参照しつつ、本発明の各実施形態を述べる。

【0026】図1は、本発明の一実施形態に係る接合構造を示す断面図である。略円盤形状のセラミックス基材2の内部に、金網からなる電極3が埋設されている。2aは半導体ウェハーの設置面であり、2bは背面である。電極3は、例えば金網ないしメッシュによって形成されている。

【0027】基材2の背面2b側には孔4が設けられている。基材2中には網状の電極3が埋設されており、かつモリブデンまたはモリブデン合金からなる端子14が埋設されている。端子14は、本体5と、本体5の表面の一部を覆う、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属からなる膜15とからなる。端子14の本体5は、モリブデンまたはモリブデン合金製のバルク体であってよいが、モリブデンまたはモリブデン合金の各粉末の焼結体であってよい。端子14の一方の表面5aが孔4の底面4a側に露出しており、端子の他方の表面5bが金属電極3に対して接触している。5cは側面である。

【0028】孔4の中に、本実施形態では円筒形状の雰囲気保護体9が挿入されている。雰囲気保護体9の外側面9aと孔4の内側面との間には、若干の隙間18が設けられている。雰囲気保護体9の内側空間の下方には、例えば円盤形状の低熱膨張導体7が収容され、設置されている。

【0029】低熱膨張導体7の下側面7bと孔4の底面4aとの間、および下側面7bと端子14との間が、好ましくはろう材からなる本発明の接合層12によって気密に接合されている。また、雰囲気保護体9の下側面9dと底面4aとの間も接合層12によって接合されている。

【0030】電力供給部材8は、セラミックス部材1外の本体部分8b、円環形状のフランジ部分8c、および先端部分8dを備えており、先端部分8dが雰囲気保護体9内に収容されている。雰囲気保護体9の内周面9bと、低熱膨張導体7および先端部分8dとの間には、若干の隙間19が設けられている。雰囲気保護体9の上側面9cとフランジ部分8cとの間は、好ましくはろう材からなる導電性接合層6Bが形成されている。これと共に、コネクター8の先端面8aと低熱膨張導体7の上側面7aとの間には、導電性接合層6Aが形成されている。

【0031】低熱膨張導体7とは、熱膨張率が少なくとも 4.00°C 以下で、 $8.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下の材質からなる導体を言う。低熱膨張導体の材質としては、具体的には、モリブデン、タングステン、モリブデン-タングステン合金、タングステン-銅-ニッケル合金、コパーが好ましい。雰囲気保護体の材質は、純ニッケル、ニッケル基耐熱合金、金、白金、銀、およびこれらの合金

とすることが好ましい。電力供給部材8の材質は、雰囲気に対する耐食性の高い金属であることが好ましく、具体的には、純ニッケル、ニッケル基耐熱合金、金、白金、銀、およびこれらの合金が好ましい。

【0032】こうした接合構造による作用効果について、主として図1を参照しつつ、更に説明する。電力供給部材8の材質としては、耐酸化性のある金属が好ましいが、これらは一般的に熱膨張率が大きく、セラミックス側との熱膨張差による応力が大きい。このため、電力供給部材8とセラミックス基材2とを直接にろう付けすると、両者の熱膨張差によって接合強度が低下する傾向がある。この点を改善するために、電力供給部材8とセラミックスとの間に低熱膨張導体7を設置することによって、両者の熱応力差を緩和する構造を採用した。

【0033】しかし、一般的に、熱膨張率の低い金属（モリブデン、タングステン、モリブデン-タングステン合金など）は、酸化されやすい。このため、低熱膨張導体7が高温の酸化性雰囲気に触れると、低熱膨張導体7が直ちに酸化し、接合強度の低下、電気抵抗の上昇を招く。従って、低熱膨張導体7の材質として、熱膨張率の低い金属を使用することは困難であった。

【0034】低熱膨張導体7を、アルミナ、窒化アルミニウム等の絶縁性セラミックスからなる絶縁性の応力緩和材によって置換すると、低熱膨張導体7の酸化という問題は生じなくなると考えられる。しかし、この場合には応力緩和材は電流経路から外れ、応力緩和材とセラミックス基材内部の金属部材との電氣的接続が不可能になる。従って、基材内の金属部材に対して供給すべき電力が制限される。

【0035】これに対して、本接合構造によれば、低熱膨張導体7と端子本体5との接続部分の面積が大きく、この部分で低熱膨張導体7が電流経路に加わるために、大きな電流、例えば30アンペア以上の大きさの電流も、容易に流すことができる。

【0036】これと共に、筒状雰囲気保護体9を孔4内に収容、設置し、雰囲気保護体9の内側空間の下部に低熱膨張導体7を設置し、低熱膨張導体の上側に電力供給部材8の先端部分8dを挿入することによって、低熱膨張導体7の側周面側を雰囲気保護体9によって完全に包囲して保護できる。しかも、低熱膨張導体の上側にコネクター8を設置し、かつその周囲を雰囲気保護体9で包囲できる。

【0037】これによって、酸化性雰囲気が低熱膨張導体7に至るまでの進入経路の長さが非常に大きくなった。これと同時に、電力供給部材8と雰囲気保護体9とを導電性接合層6Bによって接合し、この接合部分を気密に保持することで、低熱膨張導体7の酸化性雰囲気からの隔離を、一層完全に確保できる。

【0038】更に、本実施形態においては、電力供給部材8の先端部分8d、導電性接合層6B、低熱膨張導体

7、接合層 1 2 および端子 1 4 を經由する電流経路と、フランジ部分 8 c、導電性接合層 6 B、雰囲気保護体 9、接合層 1 2 を經由する電流経路とがある。この双方の電流経路があることによって、電極 3 への電力供給量を一層増大させ、かつ安定化することができる。

【0039】こうした接合構造の製造方法について述べる。好ましくは、図 2 に示すように、セラミックスの原料からなる成形体 1 0 を作成し、この成形体 1 0 を焼成する。成形体 1 0 中には、網状の金属電極 3 と、好ましくは粉末焼結体の原料である金属粉末の成形体 1 1 が埋設されている。ただし、1 0 a は半導体ウエハーの設置面側であり、1 0 b は背面側である。この成形体 1 0 を焼成することによって、同時に粉末成形体 1 1 を焼結させて粉末焼結体からなる端子本体 5 を得ることができる。

【0040】次いで、背面 2 b 側から研削加工を施し、図 3 に示すように孔 4 を形成する。この際、好ましくは、端子本体 5 の表面 5 a の上に、金、白金またはパラジウムからなる金属箔 1 3 を設置し、加熱する。これによって、加熱後には、図 4 の拡大図に示すように、端子 1 4 が生成する。端子 1 4 においては、端子本体 5 の表面 5 a が膜 1 5 によって覆われるが、更に端子本体 5 の側面 5 c とセラミックスとの微細な隙間にも膜 1 5 が一部形成されていた。

【0041】次いで、図 5 に示すように、孔 4 内の所定箇所に、接合層の材料 1 6、低熱膨張導体 7、筒状雰囲気保護体 9、接合層の材料 4 0 A、4 0 B および電力供給部材 8 を設置し、非酸化性条件下で加熱する。これによって図 1 に示す接合構造が得られる。非酸化性条件とは、真空下または非酸化性雰囲気（好ましくは不活性雰囲気）下を言う。

【0042】ここで、接合面 4 a と、金属接合部材である低熱膨張導体 7 との間には、接合層の材料 1 6 として、図 6 (a) に示すように、接合面 4 a の方から順に、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブおよびマグネシウムからなる群より選ばれた一種以上の活性金属材料 4 3 と、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属を主成分とするろう材 4 1 とを配置することが好ましい。この場合には、活性金属材料 4 3 の表面に、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属からなる膜 4 4 A、4 4 B を形成しておくことが特に好ましい。これらの膜の形成方法としては、スパッタ、CVD、イオンプレーティング、蒸着およびメッキがある。

【0043】即ち、活性金属材料 4 3、特に活性金属箔は、加熱時にきわめて酸化され易く、このために接合の過程で活性を失いやすいことがわかった。このため、活性金属材料、特に箔の表面を、前記の膜 4 4 A、4 4 B で覆うことによって、歩留り、接合強度を一層高めることができる。

【0044】また、接合面と金属接合部材との間に、接合層の材料 1 6 として、図 6 (b) に示すように、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属と、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、ニオブおよびマグネシウムからなる群より選ばれた一種以上の活性金属との合金からなるろう材 4 5 を配置することが好ましい。

【0045】また、端子本体 5 の表面 5 a、5 b および側面 5 c の全体を、図 7 に示すように、金、白金およびパラジウムからなる群より選ばれた一種以上の金属からなる膜 1 5 によって被覆し、端子 4 7 を作製できる。これによって、端子の酸化をより一層効果的に防止できる。この場合には、端子 4 7 を成形体内に埋設する前に、端子本体 5 の表面を膜 1 5 によって、溶解、スパッタ、CVD、イオンプレーティング、メッキ等の方法で被覆しておくことが好ましい。そして、図 7 に示すように各部材を設置し、加熱して、図 1 に示すような接合構造を作製する。

【0046】図 1 の実施形態においては、低熱膨張導体 7 と電力供給部材 8 とが電氣的に接合されているが、両者を電氣的に接続することは必須ではない。図 8 は、この実施形態に係る接合構造を示す断面図である。

【0047】図 8 の実施形態においては、電力供給部材 8 の先端部分 8 d と低熱膨張導体 7 とが、導電性接合層によって接合されておらず、隙間 2 0 が形成されている。しかし、この場合にも、低熱膨張導体 7 と端子 1 4 とが直接に接合層 1 2 によって接合されており、この部分の電気抵抗が低いので、大電流を供給することが可能である。

【0048】図 9 は、セラミックス部材中に、金属電極と、低熱膨張金属の緻密体とを埋設した実施形態を示す断面図である。

【0049】本実施形態においては、セラミックスヒーター 3 0 の基材 2 の中に、例えばコイル状等の金属電極 3 1 が埋設されている。こうした金属電極の好適例としては、コイル状の線状のヒーターがある。基材 2 の収容孔 4 の底面の下側に、緻密体 3 2（埋設部材の一例）が埋設されている。緻密体 3 2 は、雄ねじ部 3 2 a と本体 3 2 b とを備えており、本体 3 2 b の上側面 3 2 c が、接合層 1 2 を介して低熱膨張導体 7 に対して電氣的に接続されている。コイル状のヒーター 3 1 が雄ねじ部 3 2 a に対して巻き付けられている。

【0050】図 1 0、図 1 1 に示した各実施形態の各接合構造も、それぞれ図 1 の接合構造と類似したものであるが、雰囲気保護体の構造が異なっている。図 1 0 の接合構造においては、雰囲気保護体 3 3 は、前記したような耐熱性の金属からなる本体 3 6 と、本体 3 6 の外側面 3 6 a および内側面 3 6 b を被覆している酸化性被覆 3 5 とを備えている。本体 3 6 の上側面 3 6 c と下側面 3 6 d とは、それぞれ本体 3 6 を構成する金属が露出して

いる。

【0051】本体36の上側の露出面36cが、導電性接合層6Bを介在して電力供給部材8に対して接合されている。また、本体36の下側面36dが、接合層12を介在して端子14に対して接合されている。

【0052】酸化性被膜35は、本体36を構成する耐食性の金属よりも、ろう材に対する濡れ性が低いので、ろう材が雰囲気保護体33の外側面および内側面に沿って上昇しにくくなり、ろう材が収容孔4の側壁面に沿って上昇する傾向がある。これによって、収容孔4中の接合層12の形状を、残留応力の少ないフィレット形状とすることができる。また、雰囲気保護体33と収容孔4をネジの嵌め合わせ構造とすることにより、強度の信頼性が向上する。

【0053】図11の接合構造においては、雰囲気保護体37は、前記したような耐熱性の金属からなる本体38と酸化性被膜35とを備えている。本体38の外側面38a、内側面38bおよび上側平坦面38cが、酸化性被膜35によって被覆されている。本体38の上側傾斜面38dと、下側平坦面38eおよび下側傾斜面38fには、それぞれ本体38を構成する金属が露出している。

【0054】本体38の上側の露出面である上側傾斜面38dが、導電性接合層6Cを介して電力供給部材8に対して接合されている。また、本体38の下側傾斜面38fおよび下側平坦面38eが、接合層12を介在して基材2に対して接合されている。

【0055】図10、図11に示すような形態の各雰囲気保護体を製造するために、図12(a)~(c)を参照しつつ説明する下記の方法によることが好ましい。まず、図12(a)に示すように、前記耐熱性金属からなる管状部材40を準備し、管状部材40を酸化性雰囲気中で熱処理することによって、管状部材40の表面の全体に酸化性被膜35を生成させる。

【0056】次いで、本体40の両側の端面のみを研削加工することによって、図10(b)に示す露出面36c、36dを生成させる。

【0057】また、図12(a)の管状部材を研削加工することによって、図12(c)に示すような露出面38d、38e、38fを生成させることができる。この場合には、本体38の上側平坦面38c、外側面38a、内側面38b上には、酸化性被膜35が残る。

【0058】図13の実施形態においては、端子14を使用していない。即ち、基材2の背面2b側に開口する孔22を形成し、この孔22に、網状電極3(埋設部材の一例)の一部を露出させた。そして、網状電極3と低熱膨張導体7との間、および網状電極3と雰囲気保護体9の底面9dとの間を、それぞれ本発明に係る接合層50によって接合している。

【0059】ただし、図1に示すように、端子14を、

セラミックス基材内部の金属電極3と低熱膨張導体7との間に介在させる方が、金属電極3に到達するまでの、酸化性ガスの伝達経路が長くなるので一層好ましい。

【0060】図1、図8、図9、図10、図11、図13に示すような各実施形態において、孔4、22の内側面と雰囲気保護体9の外周面9aとの隙間18の大きさは、0.2mm以上とすることが好ましい。雰囲気保護体9の内側面9bと低熱膨張導体7および先端部分8dとの隙間19の大きさは、0.01mm以上とすることが好ましい。これ以下であると、各隙間18、19を通して毛細管現象によってろう材が上昇し易くなる。各隙間にろう材が上昇すると、セラミックス基材やろう材のクラックが生じ易くなる。隙間18の好ましい下限値が0.2mmであるのに対して、隙間19の好ましい下限値が0.01mmであるのは、同時に12、6Bで接合するので、この部分の隙間が密閉されても、毛細管の力に対する抵抗となるためである。

【0061】ただし、隙間18、19の大きさは、共に1.0mm以下とすることが好ましい。

【0062】

【実施例】〔本発明実験A〕

図1~図6を参照しつつ説明した前記方法に従って、図1に示す接合構造を作製した。具体的には、空化アルミニウム粉末を一軸加圧成形することによって、図2に示す成形体10を製造した。

【0063】金属電極3としては、モリブデン製の金網を使用した。この金網は、直径φ0.12mmのモリブデン線を、1インチ当たり50本の密度で編んだ金網を使用した。この金網3を予備成形体中に埋設した。これと共に、粒径1~100μmのモリブデン粉末を成形して成形体11を得、この成形体11を成形体10中に埋設した。

【0064】この成形体10を型内に設置し、成形体10をカーボンフォイル内に密封し、1950℃の温度、200kg/cm²の圧力および2時間の保持時間で、ホットプレス法によって、この成形体を焼成し、焼結体を得た。この焼結体の相対密度は、98.0%以上であった。

【0065】得られた焼結体の背面側から、図3に示すように、マシニングセンターによって孔4を形成し、セラミックス部材の試験片を作製した。ただし、この試験片の外形は直方体であり、寸法は20mm×20mm×20mmである。

【0066】一方、図12(a)および(b)に示すようにして雰囲気保護体33を製造した。具体的には、ニッケル製の管状部材40を準備し、環状部材40を、大気中、1000℃で2時間熱処理し、酸化ニッケル膜35を生成させた。これを研削加工し、図12(b)に示す雰囲気保護体33を製造した。

【0067】モリブデン粉末の焼結体からなる本体5を

研削加工し、表面の酸化物および炭化物を除去し、洗浄、乾燥した。表 1 の実験番号 5 においては、本体 5 の表面 5 a 上に、図 3 に示すように、 $5 \pm 0.5 \text{ mg}$ の金板 1 3 を載せ、 1080°C で 1 時間熱処理し、膜 1 5 を形成した。次いで、目視観察によって、端子本体 5 の表面の全体が金色になっていることを確認した。他の実験ではモリブデン製端子のメタライズは行っていない。

【0068】孔 4 内に、図 6 (a) に示すろう材 4 1 と活性金属箔 4 3 とを収容し、加熱接合し、実験番号 A 1 ~ A 1 4 の各接合構造を作製した。ろう材 4 1、活性金属箔 4 3 の材質は、表 1 に示す。ただし、実験番号 4、5 においては、チタン箔 4 3 の両面に、厚さ 400 オングストームの金スパッタ膜 4 4 A、4 4 B を形成した。この上に、モリブデン製の低熱膨張導体 7 と、雰囲気保護体 3 3 とを設置した。

【0069】また、低熱膨張導体 7 の上に、 $\text{Au}-18 \text{ wt} \% \text{ Ni}$ からなるろう材 4 1 とチタン箔 4 3 とを設置し、ニッケル製の電力供給部材 8 の先端部分 8 d をこの上に載せた。雰囲気保護体 3 3 の上側面 3 6 c とフランジ部分 8 c との間にも、 $\text{Au}-18 \text{ wt} \% \text{ Ni}$ からなるろう材 4 1 とチタン箔 4 3 とを設置した。こうして得ら

れた組み立て体を $960^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ で 10 分間熱処理し、図 1 に示す接合構造を製造した。

【0070】また、実験番号 A 1 5 ~ A 1 8 においては、表 1 に示す各ろう材を使用し、活性金属箔は使用しなかった。

【0071】こうして得られた各接合構造について、接合後の引張破断荷重（引張強度）と絶縁抵抗とを測定し、この結果を表 1 に示す。

【0072】また、各接合構造について、 100°C と 700°C との間での熱サイクルを 50 回加えた。ただし、昇温速度、降温速度は、共に約 $200^\circ\text{C}/\text{分}$ とした。この後、引張強度を測定し、熱サイクル後の引張強度として表 1 に示す。また、この熱サイクル後に、絶縁抵抗を測定し、結果を表 1 に示す。

【0073】また、前記熱サイクルの前と後とに、空化アルミニウム基材 2 の外観を目視観察し、外観の変化を観察し、その結果を表 1 に示すと共に、基材 2 の表面における低融点化合物の浸出の有無も確認した。

【0074】

20 【表 1】

No	ろう材 (wt%)	活性金属箔	Mo 端子への メタライズ	引張強度 (kgf)		絶縁抵抗 (GΩ)		熱サイクル後の ALN 表面	
				接合後	熱サイクル後	接合後	熱サイクル後	外観	Mo の存在
A 1	Au	Ti 箔	なし	70	40	>100	>100	変化なし	なし
A 2	Au-8Ni	Ti 箔	なし	80	50	>100	>100	変化なし	なし
A 3	Au-28Ni	Ti 箔	なし	80	50	>100	>100	変化なし	なし
A 4	Au-18Ni	Ti 箔の両面に Au パッタ	なし	80	55	>100	>100	変化なし	なし
A 5	Au-18Ni	Ti 箔の両面に Au パッタ	あり (Au)	85	65	>100	>100	変化なし	なし
A 6	Au-20Cu	Ti 箔	なし	70	45	>100	>100	変化なし	なし
A 7	Pd-40Ni	Ti 箔	なし	65	35	>100	>100	変化なし	なし
A 8	Pt-2B	Ti 箔	なし	65	30	>100	>100	変化なし	なし
A 9	Au	Zr 箔	なし	65	30	>100	>100	変化なし	なし
A 10	Au-18Ni	Zr 箔	なし	70	35	>100	>100	変化なし	なし
A 11	Au	V 箔	なし	70	35	>100	>100	変化なし	なし
A 12	Au-18Ni	V 箔	なし	70	35	>100	>100	変化なし	なし
A 13	Au	Nb 箔	なし	70	40	>100	>100	変化なし	なし
A 14	Au-18Ni	Nb 箔	なし	75	45	>100	>100	変化なし	なし
A 15	Au-2Ti	なし	なし	70	40	>100	>100	変化なし	なし
A 16	Au-18Ni-2Ti	なし	なし	80	50	>100	>100	変化なし	なし
A 17	Pd-40Ni-2Ti	なし	なし	65	20	>100	>100	変化なし	なし
A 18	Pt-2B-2Ti	なし	なし	65	30	>100	>100	変化なし	なし

【0075】表 1 からわかるように、本発明の接合構造によれば、熱サイクル後の接合強度が大きく、絶縁抵抗も 100 GΩ 以上と高く、また熱サイクル後にも外観の変化がなく、低融点化合物の浸出も見られなかった。特に、活性金属箔の両面に金をメタライズした実験番号 4、5 において熱サイクル後の引張強度が高い。

【0076】〔比較実験 B〕また、前記と同様にして、図 1 ~ 図 6 を参照しつつ説明した方法に従って、表 2 の実験番号 B 1 ~ B 3 の各接合構造を製造した。ただし、

実験番号 B 1、B 2 においては、図 6 (a) に示すろう材 4 1 の材質を銀または銀-銅合金とし、実験番号 B 3 においては、図 6 (b) に示すろう材 4 5 の材質を銅-アルミニウム-珪素-チタン合金とした。活性金属箔へのスパッタ膜の形成や、モリブデン製端子へのメタライズは行わなかった。この測定結果を表 2 に示す。

【0077】

【表 2】

No	ロウ材 (wt%)	活性金属箔	Mo端子への メタライズ	引張強度(kgf)		絶縁抵抗(GΩ)		熱サイクル後のALN 表面	
				接合後	熱サイクル後	接合後	熱サイクル後	外観	Moの存在
B 1	Ag	Ti箔	なし	100	20	>100	0.01	茶褐色シミ	あり
B 2	Ag-28-Cu	Ti箔	なし	90	15	>100	0.01	茶褐色シミ	あり
B 3	Cu-2Al-3Si-Ti	なし	なし	90	15	>100	>100	変化なし	なし

【0078】この結果からわかるように、銀ろうまたは銀-銅合金ろうを使用した場合には（実験番号B1、B2）、熱サイクル後に引張強度、絶縁抵抗が著しく低下し、基材の外観に茶褐色のシミが発生し、また低融点化合物が観察された。また、銅-アルミニウム-硅素-チタン合金ろうを使用した場合には、熱サイクル後に外観上の変化はなく、絶縁抵抗の低下は生じなかったが、引張強度は低下が見られた。

【0079】〔本発明実験C〕本発明実験Aと同様にし、表3の実験番号C1～C6に示す各接合構造を作製した。ただし、直方体形状の試験片ではなく、寸法φ20.0mm×厚さ2.0mmの円盤形状の空化アルミニウム基材を使用した。また、実験番号C1～C4においては、チタン箔を活性金属箔として使用し、図6(a)に示すろう材41の各材質を表3に示すように変更した。実験番号C3においては、チタン箔43の両面に、厚さ400オングストームの金スパッタ膜44A、44Bを形成した。実験番号B5、B6においては、図6(b)

に示すろう材45の材質を表3に示すように変更した。

【0080】また、各実験番号について、本体5の表面5a上に、図3に示すように、5±0.5mgの金板13を載せ、1080℃で1時間熱処理し、膜15を形成し、目視観察によって、端子本体5の表面の全体が金色になっていることを確認した。

【0081】得られた各接合構造について、室温と650℃との間での熱サイクルを加えた。昇温速度、降温速度は、共に約200℃/分とした。そして、100回の熱サイクル後にも運転寿命が尽きていないかどうかを確認した。また、750℃で保持したときの運転寿命を測定した。ただし、運転寿命とは、運転開始から、セラミックス表面の漏れ電流が大きくなり、温度制御用の熱電対が動作不良となり、運転停止となるまで、もしくは、埋設端子が酸化し、導通不良となり、運転停止となるまでの時間とする。

【0082】

【表3】

No	ロウ材 (wt%)	活性金属箔	運 転 寿 命	
			熱サイクル RT< >650℃	高温保持 750℃
C 1	Au	Ti箔	>100 回	18日間
C 2	Au-18Ni	Ti箔	>100 回	>20 日間
C 3	Au-18Ni	Ti箔の両面にAuスパッタ	>100 回	>20 日間
C 4	Au-20Cu	Ti箔	>100 回	15日間
C 5	Au-2Ti	なし	>100 回	15日間
C 6	Au-16Ni-2Ti	なし	>100 回	>20 日間

【0083】いずれの接合構造においても、100回の熱サイクルに耐えることが判明した。また、750℃で15日間以上の運転寿命を有していることが判明した。金-ニッケル合金ろうを使用することによって、750℃で保持したときの運転寿命が特に延びることもわかった。

【0084】〔比較実験D〕本発明実験Cと同様にし、表4に示す各接合構造を製造し、実験Cと同じ試験に供した。

【0085】

【表4】

No	ロウ材 (wt%)	活性金属箔	熱サイクル RT< >650℃	高温保持 750℃
D 1	Ag	Ti箔	50 回	5日間
D 2	Ag-28Cu	Ti箔	45 回	5日間
D 3	Cu-2Al-3Si-2Ti	なし	48 回	4日間

【0086】この結果、50回以下の熱サイクルによって運転不能となった。また、750℃で運転すると、5日以下の運転寿命しかなかった。

【0087】〔本発明実験E〕本発明実験Aと同様にし、表5に示す各接合構造を製造した。ただし、各実験番号E1、E2、E4においては、図6(a)に示す

う材 4 1 および活性金属箔 4 3 の材質を表 5 に示すように変更した。実験番号 E 2、E 4 においては、チタン箔 4 3 の両面に、厚さ 4 0 0 オングストームの金スパッタ膜 4 4 A、4 4 B を形成した。実験番号 E 3 においては、金-ニッケル-チタン合金ろうを使用した。また、実験番号 E 4 においては、本体 5 の表面 5 a 上に 5 ±

0. 5 m g の金板 1 3 を載せ、1 0 8 0 °C で 1 時間熱処理し、膜 1 5 を形成した。各実験番号について、接合体をそれぞれ 1 0 個ごと製造し、製造時の歩留りを表 5 に示す。

[0 0 8 8]

[表 5]

№	ろう材 (wt%)	活性金属箔	Mo 端子へのメタライズ	歩留り (%) n=10
E 1	Au-18Ni	Ti 箔	なし	60
E 2	Au-18Ni	Ti 箔の両面に Au スパッタ	なし	100
E 3	Au-16Ni-2Ti	なし	なし	90
E 4	Au-18Ni	Ti 箔の両面に Au スパッタ	あり (Au)	100

[0 0 8 9] この結果からわかるように、チタン箔の両面に金スパッタ膜を形成することによって、ろう付け時の歩留りが著しく向上した。

[0 0 9 0]

【発明の効果】以上のことから明らかなように、本発明によれば、モリブデンを含む金属からなる埋設部材がセラミックス部材に埋設されており、セラミックス部材中の埋設部材と金属接合部材とを接合する接合構造において、高温領域で長時間運転しながら空気等の酸化性雰囲気中にさらされても、埋設部材の浸食や、セラミックス部材の表面への低融点化合物の浸出による絶縁不良などが生じないようにできる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の一実施形態に係る接合構造の断面図である。

【図 2】金属電極 3 および粉末焼結体の成形体 1 1 が埋設されている成形体 1 0 を示す断面図である。

【図 3】基材 2 に孔 4 を形成し、孔 4 に端子本体 5 を露出させた状態を示す断面図である。

【図 4】端子 1 4 の周辺の拡大図である。

【図 5】図 1 の接合構造を製造する前の状態を示す断面図である。

【図 6】(a) は、ろう材 4 1 と活性金属箔 4 3 とを積層する前の状態を示す断面図であり、(b) はろう材 4 5 を示す断面図である。

【図 7】端子 4 7 を使用した実施形態において、接合前の状態を示す断面図である。

【図 8】低熱膨張導体 7 と電力供給部材 8 とを直接接合しない実施形態に係る接合構造を示す断面図である。

【図 9】緻密体 3 2 を基材 2 中に埋設した実施形態を示す断面図である。

【図 10】酸化性被膜 3 5 を備えている筒状雰囲気保護体 3 3 を使用した実施形態の接合構造を示す断面図である。

【図 11】酸化性被膜 3 5 を備えている雰囲気保護体 3 7 を使用した実施形態の接合構造を示す断面図である。

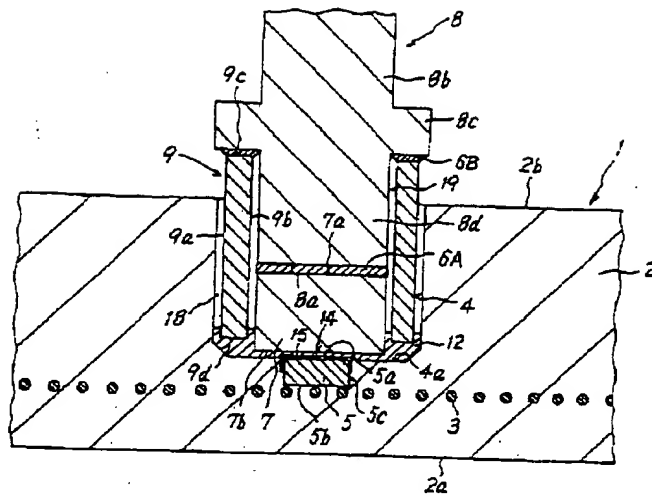
【図 12】(a)、(b)、(c) は、雰囲気保護体 3 3、3 7 の製造プロセスを説明するための断面図である。

【図 13】低熱膨張導体 7 を基材 2 および電極 3 に対して直接接合している実施形態の接合構造を示す断面図である。

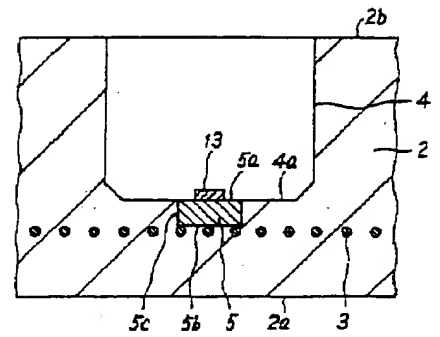
【符号の説明】

- 1、セラミックス部材
- 2、セラミックス基材
- 2 a、半導体ウエハー設置面
- 2 b、基材 2 の背面
- 3 網状の金属電極 (埋設部材の一例)
- 4、2 2、孔
- 5、端子本体ないし粉末焼結体
- 6 A、6 B、6 C、導電性接合層
- 7、低熱膨張導体 (金属接合部材)
- 8 電力供給部材
- 9、3 3、3 7、円筒状の雰囲気保護体
- 1 0、セラミックスの成形体
- 1、粉末焼結体の成形体
- 1 2、5 0、接合層
- 1 4、4 7、端子 (埋設部材の一例)
- 1 5、貴金属の膜
- 1 8、雰囲気保護体 9 の外周面と孔の内周面との隙間
- 1 9、雰囲気保護体 9 の内周面と電力供給部材 8 および低熱膨張導体 7 の外周面との隙間
- 4 1、4 5、ろう材
- 4 3、活性金属箔
- 4 4 A、4 4 B、貴金属のメタライズ層

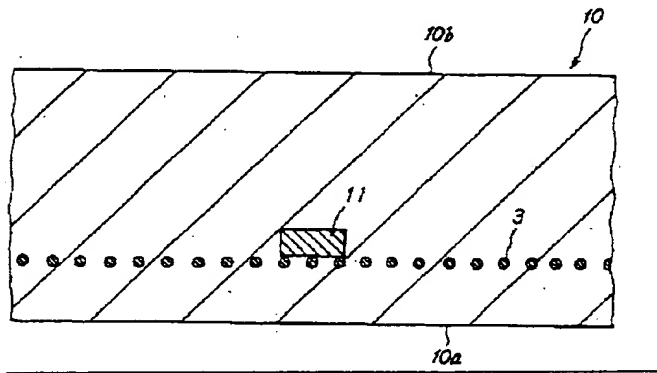
【図 1】



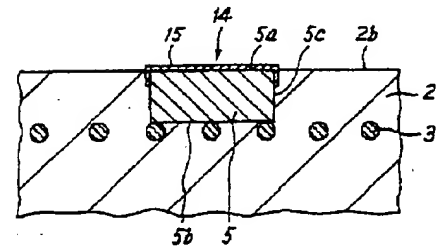
【図 3】



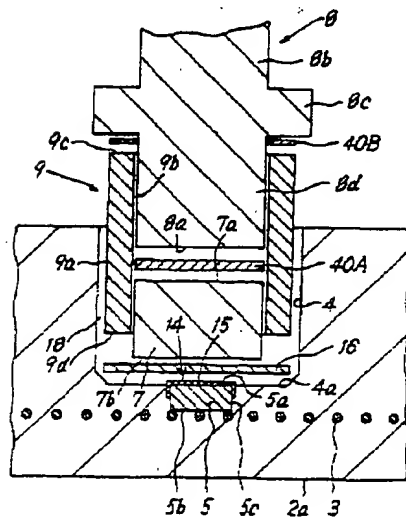
【図 2】



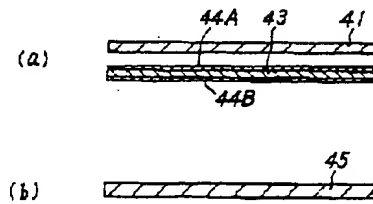
【図 4】



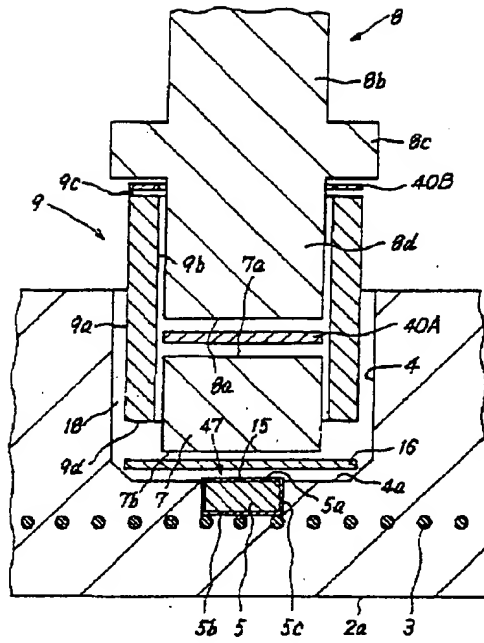
【図 5】



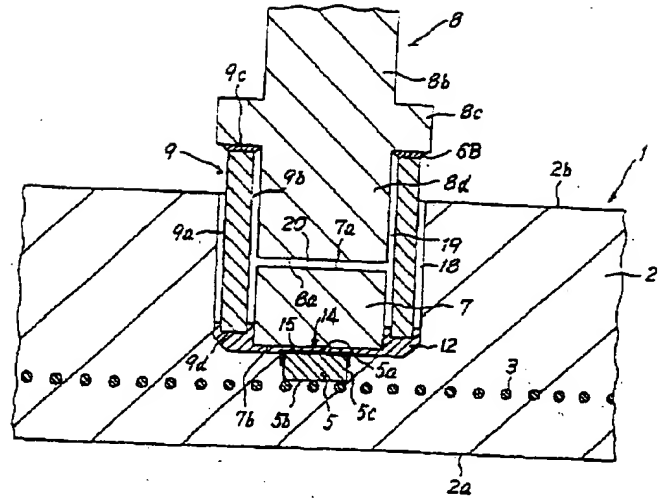
【図 6】



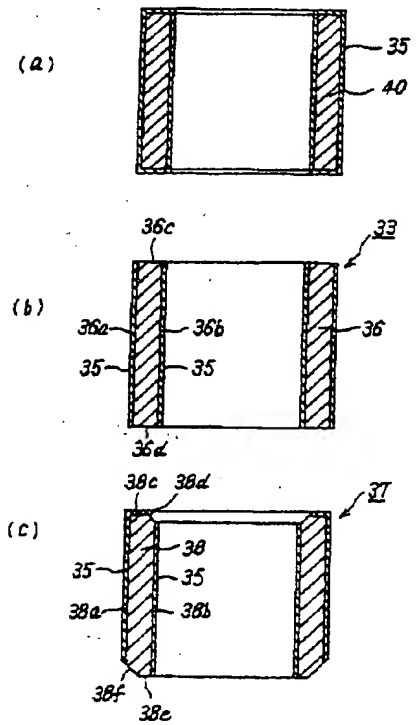
[図 7]



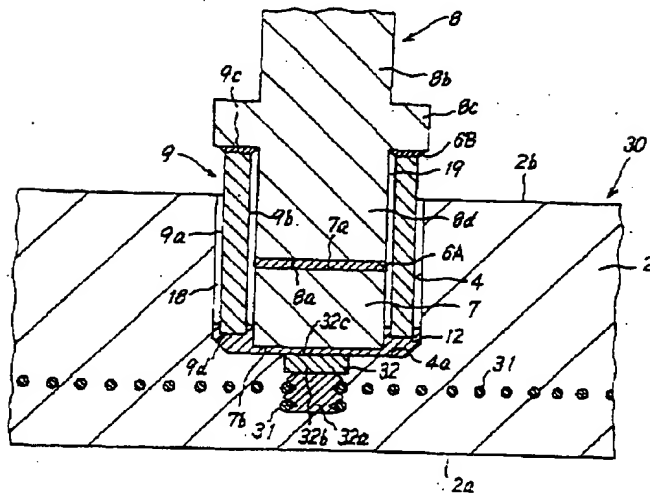
[図 8]



[図 1 2]



[図 9]



[13]

